



中华人民共和国国家标准

GB/T 1819.15—2006

锡精矿化学分析方法 氟量的测定 离子选择电极法

Methods for chemical analysis of tin concentrates—
Determination of fluorine content—The ion-selective electrode method

2006-08-24 发布

2007-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB/T 1819《锡精矿化学分析方法》共分 17 个部分：

- GB/T 1819.1 锡精矿化学分析方法 水分量的测定 称量法；
 GB/T 1819.2 锡精矿化学分析方法 锡量的测定 碘酸钾滴定法；
 GB/T 1819.3 锡精矿化学分析方法 铁量的测定 硫酸铈滴定法；
 GB/T 1819.4 锡精矿化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法和 EDTA 滴定法；
 GB/T 1819.5 锡精矿化学分析方法 砷量的测定 砷锑钼蓝分光光度法和蒸馏分离-碘滴定法；
 GB/T 1819.6 锡精矿化学分析方法 铋量的测定 孔雀绿分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
 GB/T 1819.7 锡精矿化学分析方法 铊量的测定 火焰原子吸收光谱法；
 GB/T 1819.8 锡精矿化学分析方法 锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
 GB/T 1819.9 锡精矿化学分析方法 三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
 GB/T 1819.10 锡精矿化学分析方法 硫量的测定 高频红外吸收法和燃烧-碘酸钾滴定法；
 GB/T 1819.11 锡精矿化学分析方法 三氧化二铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
 GB/T 1819.12 锡精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法；
 GB/T 1819.13 锡精矿化学分析方法 氧化镁量、氧化钙量的测定 火焰原子吸收光谱法；
 GB/T 1819.14 锡精矿化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
 GB/T 1819.15 锡精矿化学分析方法 氟量的测定 离子选择电极法；
 GB/T 1819.16 锡精矿化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
 GB/T 1819.17 锡精矿化学分析方法 汞量的测定 冷原子吸收光谱法。

本部分为第 15 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本部分由云南锡业集团有限责任公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本部分由广州有色金属研究院、云南锡业集团有限责任公司起草。

本部分由柳州华锡集团有限责任公司起草。

本部分主要起草人：孙红英、戴凤英、解惠芳、张秦、林庆权、汤建所。

本部分主要验证人：韦秀周、张俊阳。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

锡精矿化学分析方法

氟量的测定 离子选择电极法

1 范围

本部分规定了锡精矿中氟含量的测定方法。

本部分适用于锡精矿中氟含量的测定。测定范围:0.02%~3.00%。

2 方法原理

试料以过氧化钠熔融分解,用水浸出熔融物后过滤,使氟与铁、铜、铅等分离,然后在 pH6.5~pH7.0的柠檬酸-硝酸钾-三乙醇胺介质中,以饱和甘汞电极为参比电极,氟离子选择电极为指示电极,用电极电位仪测定氟。

3 试剂

3.1 过氧化钠。

3.2 硝酸(1+4)。

3.3 柠檬酸钠-硝酸钾溶液:称取 294 g 柠檬酸钠、20 g 硝酸钾溶于水中,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.4 三乙醇胺溶液:100 mL 三乙醇胺中加 64 mL 盐酸,用盐酸(1+1)和氨水(1+1)调至 pH6.5~pH7.0,用水稀释至 500 mL,混匀。

3.5 酚红溶液:称取 0.1 g 酚红,加 30 mL 乙醇,用水稀释至 50 mL,混匀。

3.6 氟标准贮存溶液:称取 2.211 0 g 预先在 120℃干燥 2 h 的氟化钠(优级纯),溶于水并稀释至 1 000 mL 容量瓶中,混匀,移入塑料瓶中保存,此溶液 1 mL 含 1 mg 氟。

3.7 氟标准溶液:移取 50.00 mL 氟标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,移入干燥的塑料瓶中,此溶液 1 mL 含 0.1 mg 氟。

3.8 氟标准溶液:移取 50.00 mL 氟标准溶液(3.7)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,移入干燥的塑料瓶中,此溶液 1 mL 含 0.01 mg 氟。

4 仪器

4.1 氟离子选择电极:要求氟含量在 10^{-1} mol/L~ 10^{-5} mol/L 内,电极电位与浓度的负对数呈线性关系。电极在使用前应在 10^{-3} mol/L 的氟化钠溶液中浸泡 1 h,使之活化,然后以水洗至电位值不小于氟浓度为 10^{-6} mol/L 的电位值后进行测定。

4.2 饱和甘汞电极。

4.3 电位测定仪:精度 0.1 mV。

4.4 电磁搅拌器。

5 试样

5.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

5.2 试样应在 $105\text{℃}\pm 5\text{℃}$ 烘箱中烘 1 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。